

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-277106  
(43)Date of publication of application : 09.10.2001

(51)Int.Cl. B24B 37/00  
B24B 57/02  
H01L 21/304

(21)Application number : 2000-092010 (71)Applicant : TOKUYAMA CORP  
(22)Date of filing : 29.03.2000 (72)Inventor : KATO HIROSHI  
HAYASHI KAZUHIKO

## (54) POLISHING METHOD AND POLISHING DEVICE

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress generation of a scratch in a polished surface, by reducing concentration of rough grains in an abrasive grain dispersed fluid by containing it.

**SOLUTION:** This polishing method, applying polishing while supplying an abrasive grain dispersed fluid containing it, is characterized by polishing while supplying the above abrasive grain dispersed fluid dispersion treated by a high pressure homogenizer and/or ultrasonic homogenizer.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-277106

(P2001-277106A)

(43)公開日 平成13年10月9日(2001.10.9)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

B 24 B 37/00

識別記号

F I

テ-マコ-ト<sup>\*</sup>(参考)

B 24 B 37/00

K 3 C 0 4 7

Z 3 C 0 5 8

57/02

57/02

H 01 L 21/304

6 2 2

H 01 L 21/304

6 2 2 E

6 2 2 D

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21)出願番号

特願2000-92010(P2000-92010)

(22)出願日

平成12年3月29日(2000.3.29)

(71)出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72)発明者 加藤 寛

山口県徳山市御影町1-1 株式会社トク  
ヤマ内

(72)発明者 林 和彦

山口県徳山市御影町1-1 株式会社トク  
ヤマ内

Fターム(参考) 3C047 FF08 GG15

3C058 AA07 AC04 BC02 CB01 DA17

(54)【発明の名称】 研磨方法及び研磨装置

(57)【要約】

【課題】 砥粒分散液を含む砥粒分散液中の粗粒子濃度を低減することによって、被研磨面のスクラッチの発生を抑制する。

【解決手段】 砥粒分散液を含む砥粒分散液を供給しながら研磨する研磨方法において、高圧ホモジナイザー及び/又は超音波ホモジナイザーで分散処理した前記砥粒分散液を供給しながら研磨することを特徴とする研磨方法である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 砥粒分散液を研磨装置に供給しながら被研磨面を研磨する方法において、上記砥粒分散液を高圧ホモジナイザー及び／又は超音波ホモジナイザーにより分散処理した後、直ちに研磨装置に供給することを特徴とする研磨方法。

【請求項2】 砥粒がヒュームドシリカである請求項1記載の研磨方法。

【請求項3】 分散処理を、砥粒分散液のn値が2.9以上となるように行う請求項3記載の研磨方法。

【請求項4】 研磨部及び該研磨部に砥粒分散液を供給する供給ラインを備えた研磨装置において、上記砥粒分散液の研磨部への供給ラインの少なくとも1カ所に高圧ホモジナイザー及び／又は超音波ホモジナイザーを設けたことを特徴とする研磨装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、研磨剤として砥粒分散液を使用した新規な研磨方法及び研磨装置に関する。詳しくは、砥粒分散液を使用した研磨方法において、高い研磨速度で且つスクラッチを極めて効果的に防止することが可能な方法及び研磨装置である。

## 【0002】

【従来の技術】シリコンに代表される半導体ウェハの研磨やIC製造工程中の絶縁膜や金属膜の研磨、或いはガラス基板や各種セラミックスの研磨には、研磨剤として砥粒分散液が一般に使用されている。

【0003】上記砥粒分散液としては、用途や研磨対象によって各種の砥粒が使用されている。例えば、シリカ、ジルコニア、アルミナ、セリア、酸化マンガン、窒化ケイ素、炭化珪素、ダイヤモンド、樹脂微粒子等の砥粒が挙げられる。

【0004】このような砥粒分散液は、輸送中や保管中などにおいて、分散して含まれる砥粒が液中で経時に凝集して凝集粒子が生成したり、砥粒分散液の容器や配管の壁面での乾燥により砥粒が凝集粒子となって混入する現象が起こり易く、研磨時の被研磨面におけるスクラッチ（研磨傷）の発生原因の一つとなっていた。

【0005】また、上記砥粒の凝集は研磨に使用後の砥粒分散液においても起こり易く、これを研磨に再使用しようとした場合、被研磨面におけるスクラッチ発生が著しいという問題を有する。

【0006】半導体デバイスの研磨において、被研磨面にスクラッチが発生すると、配線の抵抗が増したり、極端な場合は配線が断線したりしてデバイスの歩留まりを大幅に低下させる原因となる。

【0007】従来、前記のようにして生成する砥粒の凝集に対して、いくつかの対処法が提案されている。

【0008】例えば、特開平3-106984号や特開平11-10540号には、研磨装置の定盤に供給する

際に、ろ過手段を講ずることによって凝集粒子を除去することが提案されている。しかしながら、あまり高精度のフィルターを砥粒分散液の供給ラインに設置し、微細な凝集粒子までをも除去しようとした場合、処理量が低下したり、フィルターの詰まりが生じやすくなるため、数十μm以上の目の粗いフィルターを使用せざるを得ず、精度良く凝集粒子を除去することが困難であった。

【0009】また、特開平10-33766号には、砥粒分散液の供給配管中に凝集粒子等の粗粒子を除去するためのトラップを設置することが提案されている。この方法は、砥粒の沈降速度の違いを利用して粗粒子を除去しようとするものであるが、シリカや樹脂粒子のような比重の小さな砥粒に対しては除去効率が低下する傾向がある。また、凝集粒子の除去効率を高くしようとした場合、対象とする凝集粒子以外の粒子まで同時に除去される場合があり、砥粒分散液中の砥粒濃度が低下するおそれがある。

【0010】また、後述する例に見られるように、砥粒分散液が極めてゲル化し易い性質を有する場合、多量の凝集体が存在し、上記した公知の除去手段ではその適用が著しく困難となり、また、仮に適用できたとしても、得られる砥粒分散液の研磨性能において再現性が著しく低下する。

## 【0011】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、上記の種々の原因により生成した砥粒分散液中の凝集粒子を、該凝集粒子の量等を問わず確実に除去し、これを使用して得られる研磨面におけるスクラッチの発生を効果的に防止できる研磨方法を提供することにある。

## 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記問題点を解決するために鋭意研究を重ねた。その結果、凝集粒子を含有する砥粒分散液に対して特定の分散機を用いて分散処理を施した後、直ちに研磨装置に供給することにより、上記課題を全て解決し得ることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0013】即ち、本発明は、砥粒分散液を研磨装置に供給しながら被研磨面を研磨する方法において、上記砥粒分散液を高圧ホモジナイザー及び／又は超音波ホモジナイザーにより分散処理した後、直ちに研磨装置に供給することを特徴とする研磨方法である。

## 【0014】

【発明の実施の形態】本発明に使用する砥粒分散液は、公知のものが特に制限なく使用される。例えば、砥粒としては、シリカ、ジルコニア、アルミナ、セリア、酸化マンガン、窒化ケイ素、炭化珪素、ダイヤモンド、樹脂微粒子等が挙げられる。

【0015】そのうち、半導体デバイスの研磨においては、シリカ、アルミナ、セリア等の砥粒が用いられる。上記シリカの中でも、特にヒュームドシリカを用いた砥

粒分散液は、層間絶縁膜用や金属膜用砥粒分散液として使用されることが多い。また、シリコンウェハの研磨においては、コロイダルシリカが多用されている。

【0016】また、本発明の砥粒分散液は、上記の砥粒を溶媒に分散させ、更に研磨を促進するための各種の添加剤を配合した組成が一般に使用される。

【0017】上記溶媒としては、水が一般的である。

【0018】また、砥粒の濃度は、従来から研磨において採用される濃度を特に制限なく採用することができる。砥粒分散液中の砥粒の代表的な濃度としては、0.1~20重量%が一般的である。

【0019】更に、添加剤としては、例えば、酸、アルカリ、塩類、酸化剤、防食剤、界面活性剤、水溶性高分子類等が適宜使用される。

【0020】上記添加剤等によって調整される砥粒分散液は、その研磨対象に応じて、アルカリ、中性或いは酸性の領域に適宜調整することができる。そのうち、砥粒としてヒュームドシリカを使用した場合には、pHが5~8の中性領域の砥粒分散液において粒子の凝集が起こり易い。このような砥粒分散液においても、本発明の方法による研磨方法は問題なくスクラッチを防止することができ、前記凝集粒子の濾過等による除去方法に対して優位性が特に顕著に現れる。

【0021】本発明において、研磨装置は公知の構造を有するものが特に制限なく使用することができる。基本的には、定盤に設けられた研磨パッドと被研磨物を保持するキャリアとよりなり、上記被研磨物の被研磨面と該研磨パッドとが当接した状態で相対的に移動し得るようになした構造を有する。

【0022】本発明の研磨方法における最大の特徴は、砥粒分散液を分散処理した後、直ちに上記研磨装置に供給することにある。即ち、上記分散処理により、砥粒分散液に含有される凝集粒子を予め分散せしめて除去する方法により、従来から実施されていた、砥粒分散液中の凝集粒子を特定の分離手段により除去する方法に対して、凝集粒子を確実に減少でき、これを使用した研磨において、研磨面のスクラッチを極めて効果的に防止することができる。特に、砥粒分散液製造後の凝集開始時間が短く、しかも、その量が多い、中性領域の砥粒分散液は、従来の分離手段を使用した方法によっては対応することが困難であるが、本発明の方法によれば、何ら問題なく処理することができ、凝集粒子が存在しない状態で研磨に使用することができる。

【0023】本発明において、上記分散処理には、高圧ホモジナイザー及び/又は超音波ホモジナイザーが好適に使用できる。

【0024】高圧ホモジナイザーは、被処理液を絞り部に高速で通過せしめることにより、そのときに発生する剪断力やキャビテーションによる衝撃力で該被処理液中に存在する粒子の分散を行う機構のものが好適である。

【0025】また、高圧ホモジナイザーは、上記機構の他、該機構において絞り部を通過せしめた溶液（砥粒分散液）をダイヤモンド等の基板上に衝突させる機構を更に付加した機構や、被処理液を対向する二つの絞り部より噴出せしめて衝突させる機構等を有するものも使用することができる。

【0026】上記高圧ホモジナイザーによる分散や粉碎の効率は、砥粒分散液を通過させる絞り部を挟んでの入口側と出口側との差圧に依存するため、差圧が高いほど粉碎効率も高くなる傾向にある。例えば、上記差圧は10 MPa以上、好ましくは30 MPa以上、さらに好ましくは50 MPa以上の場合は、分散や粉碎効率の高い処理が可能である。また、上記差圧の上限値は特に定める必要はないが、300 MPa未満が好ましい。300 MPaを越えると、装置の寿命が短くなる場合がある。

【0027】なお、上記絞り部を通過させて砥粒分散液を分散処理する回数は、通常1回で十分である場合が多い。なお、複数回処理すれば更に分散状態が向上し、凝集粒子濃度が低減する場合もあるので、そのような場合は複数回処理したり、直列に数台の装置を連結し、連続して処理しても良い。

【0028】上記高圧ホモジナイザーの絞り部を構成する材料としては、材料の摩耗を抑えるためにダイヤモンドが好適に採用される。

【0029】上記絞り部の孔径は、50~500 μmの範囲が好適で、100~300 μmの範囲が更に好適である。

【0030】高圧ホモジナイザーとしては、市販の装置を用いることもできる。代表例を具体的に例示すると、30 ナノマイザー（株）製の商品名；ナノマイザー、（株）ミラクル製の商品名；ナノメーカー、マイクロフルイディックス製の商品名；マイクロフルイダイザー、（株）ジーナス製の商品名；ジーナス及びスギノマシン製の商品名；アルティマイザーなどを挙げることができる。

【0031】上記例示した装置はいずれも流通式であるため、処理後の砥粒分散液は一様に粉碎、解碎または分散等の処理を受けたことになるため、均一性が高い点で優れている。また、粉碎、解碎または分散処理が高効率で行われること、不純物の混入が極めて少ないと、大量処理にも適応可能など、工業的に利用するには適している。

【0032】本発明において、超音波ホモジナイザーとしては、P Z T（チタン酸ジルコン酸鉛）やフェライト振動素子を発振させることにより、乳化や分散を行うことができる公知のものが特に制限なく使用することができる。

【0033】上記の超音波ホモジナイザーは、（株）エスエムティー、タイテック（株）、ソニック アンド マテリアルズ社、ブラウン社、（株）日本精機製作所等の数社より市販されており、これらの各種の機種が特に制

： 5

限なく使用できる。また、流通式や連続式の装置も好適に使用できる。

【0034】また、上記の高圧ホモジナイザーや超音波ホモジナイザーの分散処理において、砥粒分散液における砥粒の分散状態は、例えば、高精度の粒度分布計やパーティクルカウンターなどを用いて調べることができる。即ち、上記の分析装置を用いて測定したときには、砥粒分散液の平均粒子径が小さい方にシフトしたり、0.5 μm以上 の凝集粒子の濃度が低下したりした場合は、砥粒分散液の分散状態が向上したことと示している。

【0035】また、ヒュームドシリカを砥粒に用いた砥粒分散液の場合は、光散乱指数（以下、単に「n値」ともいう）を調べることによってシリカの分散状態を知ることもできる。

【0036】該n値は、市販の分光光度計を用いて、砥粒分散液のスペクトルを測定することにより求めることができます。具体的に説明すると、まず、光路長10mmのセルを用い、参考セルと試料セルにそれぞれイオン交換水を満たし、460～700nmの波長範囲にわたってゼロ点校正を行う。次に、砥粒の濃度が1.5重量%になるように砥粒分散液をイオン交換水で希釈し、試料セルに該濃度調製された砥粒分散液を入れて波長(λ)460～700nmの範囲の吸光度(τ)を測定する。log(λ)とlog(τ)をプロットし、下記式を用いて直線の傾き(-n)を最小二乗法で求めることができます。

$$[\text{0037}] \tau = \alpha \lambda^{-n}$$

そして、この時のnが光散乱指数である。上記τの測定点の数は6点以上、好ましくは20点以上と多くとる方がn値の精度が向上するために好ましい。

【0038】砥粒にヒュームドシリカを用いた場合は、n値は、一般的に2.9以上、好ましくは、3以上となるように、前記分散処理を行うことが好ましい。

【0039】本発明において、砥粒分散液を分散処理後「直ちに」とは、分散した粒子の一部が再凝集し始めるまでの時間を言う。本発明者らの確認によれば、かかる時間は砥粒の種類、液のpH等によって異なるが、一般に1日程度であり、分散処理後、1日以内、好ましくは1時間以内に研磨装置に供給することが好ましい。

【0040】尚、前記中性領域に調整されたヒュームドシリカを砥粒とする砥粒分散液のように、ゲル化し易い砥粒分散液においては、分散処理後1時間以内、好ましくは、30分以内に、研磨装置に供給することが好ましい。

【0041】従って、上記の範囲内であれば、分散処理した砥粒分散液を直接研磨装置に供給する態様の他、処理した砥粒分散液を一旦タンク等に保留した後、供給しても構わない。

【0042】本発明において、分散処理される砥粒分散液は、新液でも良いし、研磨に使用した後の砥粒分散液

でも良い。研磨に使用した後の砥粒分散液を使用する場合、必要に応じて、pHの調整、砥粒の追加を行った後に前記分散処理を施すことが、砥粒分散液の研磨性能をより安定化させることができ好ましい。

【0043】なお、本発明のように、砥粒分散液を使用直前に特定の方法で分散処理することによって、研磨の安定性が増すと共に、多くの場合、研磨速度が向上する傾向にある。上述の説明の様に本発明では砥粒を特定の方法で微分散するため、常に一定の分散状態の砥粒分散液が得易いこと、及び砥粒を微分散することによって研磨の作用点が増加することによって研磨速度が向上するのではないかと推測される。

【0044】本発明は、上述した分散機を組み込んだ研磨装置をも提供する。

【0045】即ち、本発明によれば、研磨部及び該研磨部に砥粒分散液を供給する供給ラインを備えた研磨装置において、上記砥粒分散液の研磨部への供給ラインの少なくとも1カ所に高圧ホモジナイザー及び／又は超音波ホモジナイザーを設けたことを特徴とする研磨装置である。

【0046】図1は、本発明の研磨装置の代表的な態様を示す概略図である。即ち、図1に示す研磨装置において、研磨部は、定盤1上に貼り付けられた研磨パッド2と該研磨パットにウェハ4を当接せしめて保持するホルダー3となり、駆動手段（図示せず）により該研磨パッドとホルダーとが相対的に移動する様にした、公知の構造が採用される。

【0047】上記研磨部には、砥粒分散液10の貯蔵タンク9から、供給ライン8を経て砥粒分散液が供給される。

【0048】本発明においては、該供給ライン8の少なくとも一カ所に分散機7が設けられることが特徴である。即ち、研磨装置の研磨液供給ライン8に分散機7を組み込むことにより、砥粒分散液に含まれる凝集粒子が分散後、再凝集し始める前に研磨装置の研磨部に砥粒分散液を供給することができるため、極めて効果的に研磨時のスクラッチを防止できる。

【0049】特に、分散機として高圧ホモジナイザーを使用する場合、研磨装置の研磨部に供給される砥粒分散液は、その全量が同条件下に設定された絞り部を通過するため、上記分散処理がほぼ完全に行われ、凝集粒子が微量存在する場合、或いは多量に存在する場合でも確実に分散せしめることができ、本発明の方法において極めて好都合である。

【0050】上記高圧ホモジナイザー7で処理された砥粒分散液は、調節バルブ12によって流量を制御しながら直接研磨部に供給しても良いが、該調節バルブの前に保留タンク5を設けて、かかる調節バルブによる調節を容易に行えるようにするのが好ましい。

【0051】また、定盤1の外周下方には、研磨後の砥

粒分散液を回収するための液受け11を配置される。上記回収された砥粒分散液は、砥粒分散液の種類によっては、循環ライン6により貯蔵タンクに循環して再利用しても良い。

【0052】更に、図には示していないが、分散処理後の砥粒分散液が通過する供給ラインに、公知のフィルター等による粗大粒子の分離手段を設け、ライン中に誤って混入し、分散手段により分散できないような異物の除去を行えるようにすることによって、該異物による研磨時でのスクラッチの発生を防止することができ、より信頼性良く研磨を実施することができる。

【0053】上記フィルターとしては、例えば、目開きが、1~60μm、好ましくは5~30μmのものが好適である。

【0054】更にまた、本発明の上記研磨装置において、特に、研磨後の砥粒分散液を循環して使用する場合には、貯蔵タンク9に砥粒分散液のpHや砥粒濃度等を調整するための各種センサーや供給ラインを設けることが好ましい。

【0055】

【発明の効果】以上の説明より理解されるように、砥粒分散液を研磨装置に供給しながら被研磨面を研磨する本発明の研磨方法において、該砥粒分散液を高圧ホモジナイザー及び/又は超音波ホモジナイザーによって分散処理し、直ちに該研磨装置に供給する、本発明の研磨方法によれば、砥粒分散液中に存在する砥粒の凝集粒子の量を確実に低減させることができるので、研磨の安定性が高く、スクラッチの発生を極めて効果的に抑えることが可能である。

【0056】特に、凝集粒子の発生が起こり易い、中性領域の砥粒分散液に対しては、本発明の方法によって、凝集粒子を分離する従来方法に対して、砥粒分散液の濃度等を変化させることなく有利に凝集粒子を除去することができ、その工業的価値は極めて高いものと云える。更に上記の分散処理によって、研磨速度の向上効果も發揮できる。

【0057】

【実施例】以下、本発明の実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら制限されるものではない。

【0058】以下の方法によって、砥粒分散液を分析、評価した。

【0059】1. 平均粒子径

平均粒子径は、レーザー回折散乱方式の粒度分布計（ベックマン・コールター社製、LS230）を用いて測定した。ここでは、体積基準の平均粒子径を採用した。

【0060】2. 粗粒子濃度

凝集粒子濃度は、パーティクルカウンター方式の粒度解析装置（パーティクルサイジングシステムズ社製、アキュサイザーフフ）を用いて測定した。凝集粒子濃度

は、シリカ濃度1.5重量%に純水で希釈した砥粒分散液50μl中に含まれる0.5μm以上の凝集粒子の個数と定義した。

【0061】3. pHの測定

砥粒分散液のpHは、pHメーター（堀場製作所製、F-22）を用いて、25°Cで測定した。

【0062】4. 粘度の測定

砥粒分散液の粘度は、B型粘度計（トキメック製、BL型）を用いて、25°Cで測定した。

【0063】5. 光散乱指数（n）の測定

砥粒分散液のスペクトルは、分光光度計（日本分光製、Ubest-35型）を用いて測定した。まず、光路長10mmのセルを用い、参照セルと試料セルにそれぞれイオン交換水を満たし、全波長範囲にわたってゼロ点校正を行った。次に、シリカ分散液の濃度が1.5重量%になるように砥粒分散液をイオン交換水で希釈し、試料セルに該希釈液を入れて波長（λ）460~700nmの範囲の吸光度（τ）を1nm毎に241個測定した。

10 10g(λ)と10g(τ)をプロットし、前述した式(2)を用いて直線の傾き(-n)を最小二乗法で求めた。この時のnを光散乱指数とした。

【0064】6. 研磨試験（研磨速度）

絶縁膜用の研磨用試料には、厚さ約1μmの熱酸化膜(SiO<sub>2</sub>膜)付きの4インチのシリコンウェハを用いた。研磨装置にはエンギス社製、EJ-380IN-Sを用い、荷重500g/cm<sup>2</sup>、定盤の回転速度40rpm、砥粒分散液の供給速度80ml/minの条件で研磨試験を行った。研磨パッドにはロデール製のIC1000/Suba400を用いた。研磨速度は、エリプソメーターを用いて研磨前後のSiO<sub>2</sub>膜の厚み変化を測定することによって求めた。

【0065】また、シリコンウェハ用の研磨用試料には、市販の4インチのシリコンウェハを用いた。研磨装置にはエンギス社製、EJ-380IN-Sを用い、荷重400g/cm<sup>2</sup>、定盤の回転速度40rpm、砥粒分散液の供給速度80ml/minの条件で研磨試験を行った。研磨パッドにはロデール製のSuba400を用いた。研磨速度は、研磨前後のシリコンウェハの重量減少量から計算により求めた。

【0066】更に、金属用の研磨試料としては、4インチの銅板を用いて研磨試験を行った。研磨装置にはエンギス社製、EJ-380IN-Sを用い、荷重300g/cm<sup>2</sup>、定盤の回転速度40rpm、砥粒分散液の供給速度80ml/minの条件で研磨試験を行った。研磨パッドにはロデール製のIC1000/Suba400を用いた。研磨速度は、研磨前後の銅板の重量減少量から計算により求めた。

【0067】なお、研磨後のそれぞれの試料は光学顕微鏡や集光灯を用いてスクラッチやヘイズの観察を行った。

## 【0068】実施例1

比表面積が $9.0 \text{ m}^2/\text{g}$ のヒュームドシリカを固体分濃度が13重量%になるように純水と混合すると共に、pHが11になるようにアンモニア水を加えて分散処理することによって砥粒分散液を調製した。

【0069】上記の砥粒分散液を数週間貯蔵後、その一部を高圧ホモジナイザー（ナノマイザー製、ナノマイザーラ-31）を用いて分散処理し、そのまま研磨試験に供した。なお、上記高圧ホモジナイザーは孔径150μmのダイヤモンド製の絞り機構を使用し、該絞り機構の入口側と出口側との差圧は70MPaになるように調整した。

【0070】また、上記高圧ホモジナイザーによる分散処理から約1時間以内に、砥粒分散液の物性も測定した。

【0071】これらの結果を表1に示す。

## 【0072】比較例1

実施例1において、分散機による砥粒分散液の分散処理\*

表1

	実施例1	比較例1	実施例2
pH	11.0	11.0	11.0
粘度(mPa·s)	3.9	5.5	4.2
平均粒子径(nm)	111	157	115
凝集粒子数(個)	8,100	31,000	11,300
n値	3.02	2.74	2.98
研磨速度(mm/min)	157	119	151

【0079】以上の結果が示すように、実施例1及び実施例2は、高圧ホモジナイザーを使用することにより、比較例1に比べて砥粒分散液の平均粒子径は小さい方にシフトし、粗粒子数も減少することがわかった。また、シリカの分散状態を示す光散乱指数（n）は大きくなることがわかった。

【0080】上記高圧ホモジナイザーを使用した場合と同様に、実施例3の超音波ホモジナイザーを使用した場合もシリカの分散状態は格段に向上することがわかった。従って、高圧ホモジナイザーや超音波ホモジナイザーで処理することによってシリカの分散状態を向上させ、更に砥粒分散液中の凝集粒子数を低減させることによって、被研磨面のスクラッチの発生を抑制する事が可能となった。また、上記処理によって、研磨速度も向上することがわかった。

## 【0081】実施例3

平均粒子径が40nmのコロイダルシリカを5重量%含む分散液に、KOHを少量添加してpHを10.3に調整して分散処理することによって、砥粒分散液を調製した。

\*を、ターピンステーター型のホモジナイザー（イカ製、ウルトララックスT-50）による約20分間の処理に代えた以外は同様にして研磨試験を行った。

【0073】また、上記ターピンステーター型のホモジナイザーによる分散処理後1時間以内に、砥粒分散液の物性も測定した。

【0074】これらの結果を表1に示す。

## 【0075】実施例2

実施例1において、高圧ホモジナイザーによる分散処理に代えて、超音波ホモジナイザー（プランソン社製、ソニファイア250）による分散処理を施し、分散処理後そのまま研磨試験に供した。

【0076】また、上記超音波ホモジナイザーによる分散処理から1時間以内に、砥粒分散液の物性も測定した。

【0077】結果を表1に示す。

## 【0078】

【表1】

【0082】図1に示す装置により、上記砥粒分散液を循環使用して、シリコンウェハを研磨する実験を行った。即ち、貯蔵タンク内の上記砥粒分散液を実施例1で使用したものと同じ高圧ホモジナイザーにより実施例1と同様な条件で分散処理し、研磨装置の研磨パッド上に供給してシリコンウェハの研磨を行った。

【0083】研磨後の砥粒分散液は、別途設けた貯蔵タンクに溜め、次回の研磨に供した。次回の研磨では、該研磨後の砥粒分散液を用いて、再び上記高圧ホモジナイザーで処理した後、研磨装置に供給してシリコンウェハの研磨を行った。

【0084】上記処理を4回実施した場合の、砥粒分散液の物性の変化、及び研磨性能の変化を表2に示す。

【0085】尚、上記実施例3では、砥粒分散液バッチで循環する様子を示したが、前記したように、砥粒分散液を連続的に循環しながら分散処理を行い、その間、貯蔵タンクにおいて、pHや砥粒濃度の調整を行うことが好ましい。

## 【0086】

【表2】

表2

循環回数	0	1	2	3	4
pH	10.3	10.3	10.2	10.1	10.0
粘度 (mPa·s)	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
平均粒子径 (nm)	71	71	71	71	71
凝集粒子数(個)	200	3,200	5,500	6,500	6,300
n値	4.13	3.98	4.03	4.01	4.04
研磨速度 (nm/min)	248	242	234	215	211
ヘイズ	○	○	○	○	○

## 【0087】比較例2

実施例3において、高圧ホモジナイザーによる分散処理せずに、砥粒分散液を循環させてシリコーンウェハの研磨を行った。

\* 【0088】上記処理を4回実施した場合の、砥粒分散液の物性の変化、及び研磨性能の変化を表3に示す。

## 【0089】

\* 【表3】

表3

循環回数	0	1	2	3	4
pH	10.3	10.2	10.1	10.1	10.0
粘度 (mPa·s)	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
平均粒子径 (nm)	71	71	71	71	72
凝集粒子数(個)	200	5,700	8,600	23,000	66,000
n値	4.13	4.16	4.08	4.05	3.98
研磨速度 (nm/min)	248	238	224	218	203
ヘイズ	○	○	○	×	×

【0090】上記表2及び3より明らかなように、本発明の方法による表2のデータでは、循環回数が増加するのに伴い若干pHが低下し、同時に研磨速度も若干低下傾向を示した。砥粒分散液の粘度や平均粒子径は殆ど変化しなかった。また、凝集粒子数は循環回数に比例して徐々に増加したもの、1万個未満に止まった。

【0091】一方、比較例2の結果を示す表3のデータでは、砥粒分散液の循環回数によって凝集粒子数が大きく増加し、循環回数3回以降では2万個を越えた。

【0092】なお、集光灯を用いてそれぞれのシリコンウェハの表面状態を観察したところ、実施例3では循環回数4回目においてもヘイズやスクラッチが観察されなかつたが、比較例2では循環回数が3回目以降では明らかにウェハ表面に曇りが観察された。

【0093】以上の結果より、砥粒分散液の循環ライン中に高圧ホモジナイザーを組み込むことにより粗粒子数の増加を抑制し、ヘイズやスクラッチの発生を抑制できることがわかった。

## 【0094】実施例4

比表面積が $200\text{ m}^2/\text{g}$ のヒュームドシリカを7重量%、シュウ酸アンモニウムを0.7重量%含む砥粒分散液を、アンモニア水を用いてpHを7に調整した。上記の砥粒分散液を実施例1と同様の高圧ホモジナイザーを用いて、同条件で分散処理し、金属用砥粒分散液を調製

した。

【0095】なお、研磨に供する際、上記砥粒分散液には30重量%濃度の過酸化水素水を1.7重量%添加して、 $\text{H}_2\text{O}_2$ 濃度を0.5重量%に調整して使用した。

【0096】上記砥粒分散液を調製してから1時間以内に砥粒分散液の物性を測定したところ、表4に示す参考例のようになった。

【0097】尚、上記砥粒分散液は3日間放置するとゲル化し、流動性がなくなった。このことは、 $200\text{ m}^2/\text{g}$ というような高比表面積（粒子径が小さい）の砥粒を用いた場合には、pH等の条件によってゲル化する場合が多いことを示す。

【0098】実施例4として、上記のゲル化した砥粒分散液を実施例1と同様に、研磨装置に供給する直前に高圧ホモジナイザーを設けて分散処理しながら、研磨装置に供して研磨試験を実施した。

【0099】その結果を、表4に示す。

【0100】表4より理解されるように、高圧ホモジナイザーにより分散処理された砥粒分散液は凝集することなく使用でき、その物性値や研磨性能は製造直後とほぼ同様な値を示すことがわかった。

## 【0101】比較例3

実施例4において、ゲル化した砥粒分散液を攪拌翼付き攪拌装置内で30分間攪拌することによって再分散しな

がら、研磨装置に供して研磨試験を実施した。

【0102】その結果を、表4に示す。

【0103】参考例と比較すると、このように多くの物\*

\*性値が低下することがわかった。

【0104】

【表4】

表4

サンプル	参考例	比較例3	実施例4
	調製直後	処理直後	処理直後
pH	7.2	7.2	7.2
粘度(mPa·s)	3.1	40	2.7
平均粒子径(nm)	99	83,000	97
凝集粒子数(個)	15,000	240,000	14,000
n値	3.15	2.58	3.16
研磨速度(nm/min)	555	190	594
スクラッチ	○	×	○

【0105】上記表4の結果について、研磨後の銅板の表面を光学顕微鏡で観察したところ、砥粒分散液が製造直後のもの（参考例）や高圧ホモジナイザーで処理した直後のもの（実施例4）はスクラッチの発生は認められなかった。

【0106】以上のように、本発明の方法は、ゲル化し易いような極めて不安定な砥粒分散液をも使用直前に高圧ホモジナイザーで処理することによって、高い研磨速度を維持しつつ、スクラッチを発生させることなく研磨に供し得ることがわかった。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の研磨装置の代表的な態様を示す概略

図

#### ※【符号の説明】

- 1 定盤
- 2 研磨パッド
- 3 ホルダー
- 4 ウェハ
- 5 保留タンク
- 6 循環ライン
- 7 分散機
- 8 供給ライン
- 9 貯蔵タンク
- 10 砥粒分散液
- 11 液受け
- 12 調整バルブ

【図1】

